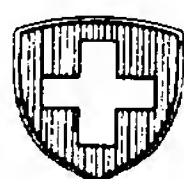




CH 690 263 A5

①9



CONFÉDÉRATION SUISSE

INSTITUT FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

①1 CH 690 263 A5

⑤1 Int. Cl.<sup>7</sup>: A 61 K 007/46  
A 61 P 031/02

Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

①2 FASCICULE DU BREVET A5

②1 Numéro de la demande: 00862/96

②2 Date de dépôt: 03.04.1996

②4 Brevet délivré le: 30.06.2000

④5 Fascicule du brevet  
publiée le: 30.06.2000

⑦3 Titulaire(s):  
Firmenich S.A.,  
1, route des Jeunes, Case postale 239,  
1211 Genève 8 (CH)

⑦2 Inventeur(s):  
BUCHLI, Franz, 3. chemin Marcelly,  
CH-1226 Thonex (CH)  
Günter Holzner, 15, chemin des Palettes,  
1212 Grand-Lancy (CH)

⑤4 Composition parfumante présentant une activité antimicrobienne et procédé de parfumage.

⑤7 On décrit des ingrédients parfumants à activité antimicrobienne, activité qui est mesurée par la méthode «test sur surface agar enduite» ou par la méthode «test par diffusion de vapeurs». On décrit également une composition parfumante contenant de tels ingrédients, et présentant une activité antimicrobienne mesurée selon les méthodes citées, composition qui se révèle utile aussi bien pour des applications en cosmétique, que pour le parfumage de produits fonctionnels.



CH 690 263 A5

## Description

La présente invention a trait au domaine de la parfumerie et de la cosmétique. Elle concerne plus particulièrement le parfumage d'articles destinés aux soins corporels ou capillaires ainsi que le parfumage de produits fonctionnels.

Elle permet l'élaboration de produits parfumés dont le parfum procure, non seulement une agréable odeur, mais s'avère également renforcer, de façon synergique, l'activité antimicrobienne du produit auquel il est incorporé.

De nombreux ingrédients parfumants conventionnels, tels que des huiles essentielles ou des substances odorantes synthétiques, ont été testés pour leurs propriétés antimicrobiennes contre divers microorganismes. Le brevet EP-A1 0 451 889 contient une analyse des connaissances de l'art dans le domaine de l'activité bactéricide des ingrédients parfumants d'origine naturelle ou synthétique. Le brevet EP-A1 0 433 132, quant à lui, décrit une composition cosmétique contenant des huiles essentielles ayant une activité autre que parfumante, à savoir une activité antibactérienne et/ou antifongique. En dépit des diverses suggestions de la littérature, comme par exemple la demande de brevet WO 93/25 185 qui décrit une composition parfumée contenant un phospholipide cationique, une base parfumante à action antimicrobienne et un alcool gras, composition ayant une activité antimicrobienne mesurée par la méthode du «spray direct», aucun document de l'art antérieur ne décrit un ingrédient parfumant, une composition parfumante ou un produit parfumé présentant une action antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée par la méthode «test sur surface agar enduite» (ASCT-Agar Surface Coating Test), ou par la méthode «test par diffusion de vapeurs» (VPT-Vapeur Phase Test), ou par ces deux méthodes.

L'invention décrit un ingrédient parfumant présentant une activité antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée selon les méthodes citées ci-dessus. Elle concerne également une composition parfumante contenant au moins 40% en poids d'ingrédients parfumants ayant chacun une activité antimicrobienne d'au moins 80% selon la méthode de test envisagée. La présente invention dévoile deux méthodes de test originales et efficaces permettant de sélectionner des ingrédients parfumants qui ont une action antimicrobienne d'au moins 80%, en plus de leur activité parfumante, et en outre de tester l'efficacité de cette action dans une composition parfumante ou un produit parfumé. Nous avons en effet découvert que des ingrédients parfumants ayant une activité antimicrobienne telle que définie ci-dessus, ainsi qu'une composition parfumante selon l'invention permettaient d'inhiber l'action des microorganismes concernés.

De par ses propriétés antimicrobienne et odorante, une composition parfumante élaborée selon l'invention se prête aussi bien aux applications en parfumerie fine qu'au parfumage de produits fonctionnels. C'est ainsi qu'elle peut être employée de façon avantageuse dans le parfumage d'articles divers tels que les savons, les gels de bain ou de douche, les shampoings et autres produits d'hygiène capillaire. Elle se prête également au parfumage de détergents ou adoucissants textiles, de déodorisants ambiants ou encore de produits d'entretien. Il a été constaté de façon surprenante que la présence d'ingrédients parfumants sélectionnés selon les tests cités, renforçait l'action bactéricide et/ou fongicide de la composition parfumante, des articles divers, détergents ou adoucissants textiles, produits d'entretien, déodorisants ambiants auxquels ils étaient incorporés. Par ailleurs, la présente invention permet de préparer une composition parfumante, telle que définie précédemment, composition qui, ajoutée aux articles ou produits susmentionnés, renforce de façon synergique le caractère antimicrobien des agents antimicrobiens d'usage courant éventuellement présents dans ces articles ou produits.

Nous avons ainsi constaté que les compositions parfumantes selon l'invention avaient un effet synergique sur l'activité antimicrobienne de substances antimicrobiennes telles que le Zinc-Pyrion<sup>®</sup> (origine: Pyrion-Chemie, Allemagne) ou la piroctone olamine (origine: Hoechst, Allemagne).

Nous savons de l'art antérieur cité précédemment que les ingrédients parfumants utilisés dans la préparation d'un parfum peuvent être choisis non seulement pour leur contribution olfactive mais aussi pour leur action antimicrobiologique. Il nous enseigne que cette action est surtout connue comme étant faible. Or l'activité antimicrobienne des articles ou produits définis précédemment, auxquels une composition parfumante élaborée selon la ou les méthodes de l'invention est ajoutée, s'avère être beaucoup plus efficace que celle mentionnée dans l'art antérieur.

Ainsi, que de tels articles ou produits puissent présenter une action contre la flore microbienne aussi efficace, du seul fait qu'on leur incorpore une composition parfumante constituée d'au moins 40% d'ingrédients parfumants actifs selon les méthodes de test de l'invention, se révèle tout à fait surprenant. De plus, il a été constaté que les ingrédients parfumants sélectionnés suivant les méthodes de la présente invention, possèdent une action microbicide ou microbiostatique tout à fait remarquable et inattendue. En effet, ils continuent à présenter une activité antimicrobienne efficace malgré des lavages successifs de la surface agar infectée dans la méthode ASCT ou par simple diffusion de leurs vapeurs, sans application directe sur la surface agar infectée dans la méthode VPT.

Nous n'avons pu trouver dans l'art antérieur aucune description d'activité antimicrobienne renforcée, de façon synergique, suite à l'ajout d'un parfum, spécifiquement conçu comme dans la présente invention, à des articles ou produits pour nettoyer la peau, les cheveux ou à des détergents, à des désodorisants ambiants.

L'efficacité de la protection dépend de l'efficacité antimicrobienne des ingrédients parfumants sélectionnés par lesdites méthodes et de la quantité totale d'ingrédients actifs dans le parfum.

La composition parfumante selon la présente invention sera ajoutée aux articles ou produits cités plus avant, que l'on désire parfumer, dans des concentrations usuelles dans l'art. Les valeurs de ces concentrations dépendent de la nature de l'article ou produit parfumant final, ainsi que de l'effet olfactif recherché et l'homme du métier est à même de les choisir en fonction de ces paramètres. Ainsi les articles, produits parfumants ou désodorisants peuvent contenir typiquement de 0,1% à 10% en poids d'une composition parfumante préparée selon les méthodes de test précitées, qui seront détaillées ultérieurement.

Selon une forme préférée d'exécution de l'invention, on utilise une composition parfumante contenant 60% en poids ou plus d'ingrédients parfumants présentant chacun une activité bactéricide et/ou fongicide d'au moins 80% selon la ou les méthodes décrites ci-après. Nous avons constaté que de meilleurs résultats étaient obtenus lorsqu'on utilisait des ingrédients répondant positivement à 100% ou pratiquement proche de cette valeur à l'un quelconque des deux tests.

Ces ingrédients peuvent être ajoutés directement à des formulations classiques de base parfumante pour former un parfum renfermant des notes olfactives agréables. Le parfum ainsi formulé sera mélangé dans des concentrations comprises entre 0,1 et 10% en poids, par rapport au poids du produit auquel il sera incorporé. Des concentrations de l'ordre de 0,5 à 2% en parfum se sont révélées particulièrement avantageuses pour les applications en parfumerie fine envisagées selon l'invention.

Par composition parfumante, on entend ici une composition constituée par un mélange d'ingrédients parfumants pouvant être choisis dans des classes chimiques variées, comprenant par exemple des esters, des aldéhydes, des alcools, des éthers, des cétones, des acétals, des nitriles, des hydrocarbures terpéniques, des composés hétérocycliques azotés ou soufrés, ainsi que des huiles essentielles d'origine naturelle ou synthétiques. Le choix des ingrédients sera dicté par une réponse positive à 80% à l'un quelconque ou aux deux tests envisagés, ainsi que par l'effet olfactif recherché.

La composition parfumante pourra contenir également d'autres ingrédients dont la contribution à la note olfactive finale sera purement hédonique. Typiquement elle contiendra aussi des ingrédients parfumants d'usage courant dont l'effet est éminemment olfactif et qui, à l'instar des ingrédients microbicides susmentionnés, peuvent être choisis parmi les classes chimiques déjà citées plus haut. Le choix de ces ingrédients dépendra de la nature du produit que l'on désire parfumer, ainsi que, bien entendu du goût du parfumeur créateur.

Lors de l'un ou l'autre des deux tests, le pourcentage d'activité antimicrobienne de l'ingrédient parfumant est mesuré par rapport à son efficacité à réduire la flore microbienne avec laquelle il est en contact. Ainsi le résultat de l'activité bactéricide et/ou fongicide, effectuée dans les mêmes conditions pour les diverses substances odorantes choisies parmi les classes chimiques variées citées plus haut ou les huiles essentielles naturelles ou synthétiques, est analysé et répertorié selon le pourcentage d'activité constaté.

Par conséquent, un ingrédient parfumant, dès lors qu'il est capable de tuer la variété de microorganismes avec laquelle il est en contact, est microbicide et s'avère avantageux lorsqu'il montre une activité d'au moins 80% selon les tests envisagés.

Pour mesurer l'activité antimicrobienne d'un ingrédient parfumant, d'une composition parfumante définie selon l'invention ou d'un produit parfumé, on a procédé comme suit.

Quel que soit le test envisagé selon l'invention, on a réalisé en parallèle une culture du germe choisi sur des plaques de pétri dans les mêmes conditions de test, avec une solution témoin composée, en général, d'eau stérilisée ou d'une solution saline. Après la ou les périodes d'incubation envisagées selon le test choisi, on a mesuré la surface de la plaque exempte de bactéries et/ou de fungi pour le composé testé et pour la solution témoin. En effectuant un rapport de surface, on a défini une valeur relative de surface permettant de sélectionner les composés présentant une activité antimicrobienne d'au moins 80% suite à l'un de ces deux tests d'efficacité. Dans ces méthodes, on a utilisé les germes suivants: *Pityrosporum ovale*, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Candida albicans*.

La méthode de «test par diffusion de vapeurs» permet de déterminer l'efficacité antimicrobienne des vapeurs soit d'un ingrédient parfumant, soit d'une composition parfumante, soit d'un article parfumé, sur une surface d'agar préalablement inoculée avec le microorganisme souhaité. Cette méthode se révèle particulièrement utile pour mesurer l'activité antimicrobienne de désodorisants ambiants.

Le «test par diffusion de vapeurs» est réalisé de la façon suivante:

Une boîte de pétri d'environ 20 mm de diamètre est placée au centre d'une boîte de pétri plus large – 90 mm de diamètre –, de façon à ce que le gel nutritif chaud, versé dans la large boîte de pétri, entoure la petite boîte de pétri. Une fois la surface du gel nutritif solidifiée, celle-ci est infectée avec le germe désiré, et 1 ml du composé concentré à tester, est versé dans la petite boîte de pétri. On recouvre l'ensemble avec le couvercle de la grande boîte de pétri.

Le gel nutritif est alors incubé à température ambiante ou à n'importe quelle température qui permettra la meilleur croissance possible des germes testés, pendant 72 heures. L'action antimicrobienne de l'ingrédient parfumant, de la composition parfumante ou du produit parfumé fini est définie selon le développement des germes après trois jours d'incubation. Si l'on constate un développement considérable

de microorganismes, ceci nous indique que les vapeurs du composé à tester choisi ne sont pas actives selon le test. Si par contre on constate qu'aucune culture du germe n'a poussé, ou que pas plus de 20% de la surface de la plaque de pétri n'est recouverte par le germe, ceci nous indique une activité microbicide ou microbiostatique du composé envisagé.

5 Afin de déterminer l'activité spécifique telle que mesurée par le test, la petite boîte de pétri située au centre de la large est retirée à l'aide de pinces stériles, le couvercle est remplacé et le gel nutritif ainsi dépourvu des vapeurs du composé testé est incubé pendant 72 heures dans les conditions optimales de croissance du germe choisi.

10 Après ces 72 heures, lorsqu'aucun développement de microbes n'est observé, nous pouvons en conclure que les vapeurs du composé testé utilisées précédemment avaient une bonne activité antimicrobienne, au moins 80% d'activité positive, et que par conséquent l'ingrédient parfumant, la composition parfumante ou le produit parfumé choisi a une action microbicide en tuant complètement les germes. Si après ces 72 heures, un développement de microbes s'avère constaté, nous pouvons en conclure que les vapeurs du composé testé utilisées précédemment étaient seulement microbiostatiques, empêchant le développement des germes. Il convient de réaliser en parallèle une culture de germes dans des conditions favorables de croissance en absence de toutes traces de vapeurs du composé que l'on désire tester. En comparaison avec cette culture, seul l'ingrédient parfumant, la composition parfumante ou le produit parfumé choisi qui présente une activité microbiostatique d'au moins 80% selon le test est sélectionné.

20 La méthode «test sur surface agar enduite» permet de déterminer l'activité antimicrobienne de parfums ou de produits finis, parfumés ou pas, après lavage(s) de la surface testée.

On utilise une boîte de pétri standard de 90 mm de diamètre, disponible dans le commerce et portant déjà le gel nutritif. A l'aide d'une pipette automatique Gilson, on dépose 0,2 ml de bouillon de culture (déjà inoculé avec le germe voulu et incubé à température ambiante pendant 2 à 7 jours) sur la surface agar et on le répartit uniformément sur celle-ci à l'aide d'une spatule en verre. On incube pendant 3 heures à 37°C en prenant soin de laisser la boîte de pétri à moitié ouverte afin de permettre un léger assèchement du milieu et une bonne implantation des germes sur la surface. Puis 5 ml d'une concentration adéquate du produit ou agent à tester, sont déposés à la surface du gel. Par exemple, pour tester un shampoing, il convient de le diluer avec de l'eau stérilisée dans les proportions 1/6. Ceci correspond approximativement à une concentration de shampoing appliquée sur une chevelure mouillée. Le produit à tester est laissé en contact 30 secondes avec la surface agar infectée, puis il est retiré et l'on rince celle-ci avec 10 ml d'eau stérilisée. On incube pendant au minimum 24 heures à température ambiante. Après cette première phase du test, on peut d'ores et déjà observer la surface du gel nutritif et constater s'il y a une évolution ou non quant à l'action antimicrobienne.

35 Un nouveau contact de 30 secondes entre le produit à tester et la surface agar est effectué dans les mêmes conditions que ci-dessus, suivi de l'étape de rinçage et d'incubation de 24 heures à température ambiante, l'évolution antimicrobienne est à nouveau constatée suite à cette seconde phase du test. Cette opération est renouvelée une troisième fois dans les mêmes conditions à l'exception du fait que l'on rince par 3 fois avec 10 ml d'eau stérilisée la surface du gel nutritif. Suivant l'application envisagée de l'invention, le composé testé est laissé en contact de 30 secondes à 5 minutes avec la surface agar infectée, puis la surface est rincée 3 fois avec 10 ml d'eau distillée. L'action microbicide ou microbiostatique peut être constatée après chaque phase du test et être répertoriée. Cette méthode permet de sélectionner les ingrédients actifs à au moins 80% selon le test et de tester l'efficacité de l'action antimicrobienne d'une composition parfumante ou d'un produit parfumé conçus selon l'invention, et plus particulièrement ceux qui présentent une activité microbicide dès la première ou seconde phase du test.

45 La préparation, l'essai de plusieurs compositions parfumantes, a révélé que l'on arrive aux meilleurs résultats en appliquant les méthodes de test indiquées ci-dessus pour la sélection et la quantité d'ingrédients parfumants envisagés. Par exemple, lorsqu'une composition parfumante contient des ingrédients en quantité inférieure au minimum de 40%, il est improbable qu'elle ait une action antimicrobienne d'au moins 80% mesurée selon les méthodes de test de l'invention. Par conséquent, pour la préparation des meilleures compositions parfumantes, le choix des ingrédients parfumants en fonction de leur activité antimicrobienne mesurée selon l'un quelconque ou les deux tests de l'invention et la quantité d'ingrédients actifs envisagés, sont autant de facteurs importants à respecter pour obtenir les meilleurs résultats. Ainsi un parfum selon l'invention contiendra aussi bien des ingrédients parfumants d'usage courant choisis pour leur note olfactive particulière, que des ingrédients présentant à la fois une action antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée selon la ou les méthodes de l'invention et un effet olfactif agréable, ou encore des ingrédients présentant principalement une activité antimicrobienne comme définie selon l'invention.

50 Suivant la nature des produits variés auxquels sera incorporée la composition parfumante, elle pourra être utilisée telle quelle, sous forme de solution, mélangée à un propulseur pour aérosol, ou encore mélangée à des ingrédients de nature variée couramment utilisés dans ces produits et illustrés dans les exemples présentés plus loin.

55 En effet, une composition parfumante selon l'invention a un emploi assez étendu et peut notamment être utilisée avantageusement pour parfumer des produits destinés à nettoyer et adoucir les textiles. Elle peut également être incorporée à des produits destinés à nettoyer des surfaces ménagères (sol,

carrelage, faïence par exemple) ou à désinfecter et désodoriser l'air ambiant (déodorants ambiants de salle de bain, de toilette, d'armoire par exemple), exerçant ainsi une action bactéricide et/ou fongicide sur les surfaces nettoyées ou par diffusion de vapeurs dans l'air ambiant.

La méthode ASCT se trouve être particulièrement appropriée pour tester des produits parfumés destinés à laver la peau ou les cheveux. Elle se révèle parfaitement adaptée, par exemple, pour tester un shampoing parfumé destiné à des cheveux que l'on lave tous les jours et qui sont en contact avec le shampoing environ 30 secondes.

Les méthodes décrites ci-dessus ont aussi permis d'identifier plusieurs ingrédients parfumants selon l'invention parmi lesquels on peut citer notamment l'essence d'absinthe, l'essence d'armoise, l'essence de laurier, l'essence de bois de rose du Brésil, l'acétate d'hexyle, l'éthyl vinyl cétone, l'oxyde de rose, l' $\alpha$ -pinène, l'acétate d'ormenthyle, l'acétate de cyclohexyle, l'acétophenone, l'aldéhyde phénylpropionique, l'essence de bergamote synthétique et l'essence de cannelle de Chine.

L'invention sera décrite plus en détail à l'aide des exemples suivants.

#### Exemple 1 Composition parfumante

On a préparé une composition parfumante à activité antimicrobienne, par mélange des ingrédients suivants:

Ingrédients	Parties en poids
Acétate d'hexyle <sup>1)2)</sup>	5,0
Acétate d'isobornyle <sup>1)</sup>	8,0
Acétate de linalyle <sup>1)</sup>	9,2
Ambrox <sup>®</sup> <sup>1)3)5)</sup>	0,3
Essence de bergamote <sup>2)</sup>	18,0
Camphre <sup>1)2)</sup>	2,5
Essence de cèdre ord. <sup>1)</sup>	8,5
Propionate de tricyclo [5.2.1.0 <sup>2,6</sup> ]dec-3-én-8-yle <sup>1)3)</sup>	3,5
Coumarine <sup>1)</sup>	4,0
Dihydromyrcénol <sup>1)2)4)</sup>	14,0
Dihydroterpinéol <sup>1)2)</sup>	12,5
Diphényloxyde <sup>1)</sup>	1,5
3-p-Menthanone <sup>1)2)</sup>	4,0
Néroloxyde <sup>1)2)</sup>	0,5
Tétralinol <sup>1)2)</sup>	6,5
2,4-Diméthyl-3-cyclohexène-1-carbaldéhyde <sup>1)2)3)</sup>	2,0
Total	100,0
1) ingrédient parfumant présentant une activité antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée par la méthode «test sur surface agar enduite» (ASCT).	
2) ingrédient parfumant présentant une activité antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée par la méthode «test par diffusion de vapeurs» (VPT).	
3) origine: Firmenich SA, Genève, Suisse.	
4) origine: International Flavors & Fragrances, USA	
5) 8,12-époxy-13,14,15,16-tétranorlabdane.	

Les ingrédients susmentionnés ont été mélangés selon les techniques courantes connues de l'homme du métier.

Cette composition parfumante a montré une activité antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée par la méthode ASCT ou par la méthode VPT.

Exemple 2  
Shampooing antipelliculaire parfumé testé par la méthode «test sur surface agar enduite»

Un shampooing antipelliculaire parfumé à action antimicrobienne, destiné à être employé lors de lavages fréquents, a été préparé à l'aide des ingrédients suivants:

Ingrédients	Shampooing I Parties en poids	Shampooing II Parties en poids
A Texapon <sup>®</sup> N25 1)	25,00	25,00
Octopirox <sup>®</sup> 2)	0,60	0,60
B Eau déminéralisée	57,10	57,90
Acide citrique	0,20	0,20
C Miranol <sup>®</sup> 2MCA mod. 3)	15,00	15,00
D Comperland <sup>®</sup> KD 4)	1,30	1,30
E Parfum 5)	0,80	—
Total	100,00	100,00

1) sulfate de sodium laureth; origine: Henkel, Allemagne.  
2) piroctone olamine; origine: Hoechst AG, Allemagne.  
3) disodium cocoamphodiacetate (et) sulfate de sodium lauryle (et) hexylène glycol; origine: Rhône-Poulenc, France.  
4) cocamide DEA; origine: Henkel, Allemagne.  
5) Activa 147.121 X; origine: Firmenich SA, Genève, Suisse.

On a dissous l'Octopirox dans le Texapon N25. On a préparé la partie B, on l'a versée dans la partie A et on a mélangé. On a ajouté la partie C, on a mélangé à nouveau. On a ajouté la partie D, on a mélangé et enfin on a ajouté le parfum E.

L'Octopirox est un fongicide, utilisé couramment en concentration de 0,5–1,0% dans les préparations antipelliculaires, ayant une bonne activité contre le Pityrosporum ovale [noté P. ovale (IHEM 3967), champignon associé à la formation de pellicules sur le cuir chevelu]. On a constaté que la croissance de P. ovale, lors de l'utilisation d'un shampooing avec Octopirox, est diminuée de 60% (mesurée selon la présente méthode de test) en comparaison avec un shampooing sans Octopirox.

D'autre part, la comparaison des shampooings I et II décrits ci-dessus a montré que la combinaison de l'Octopirox avec le parfum selon l'invention présente une activité antimicrobienne nettement plus prononcée. En effet, lors du test effectué avec le shampooing I, on a observé une inhibition complète de la croissance de P. ovale. Le produit parfumé possédait une activité antimicrobienne moyenne de 90%, valeur relative de surface, mesurée selon la méthode «test sur surface agar enduite».

Exemple 3  
Shampooing antipelliculaire parfumé testé par la méthode «test sur surface agar enduite»

Le Zinc-Pyrion<sup>®</sup> 1) est un fongicide très puissant agissant aussi contre P. ovale et utilisé à 0,5–1,0% surtout dans les shampooings antipelliculaires opaques.

La formule suivante a été testée:

		Ingrédients	Parties en poids
5	A	Eau déminéralisée	46,80
		Zinc-Pyrion®	0,60
		Gelwhite USP 2)	1,00
10	B	Eau déminéralisée	20,15
		Chlorure de sodium	2,00
		Acide citrique	0,05
		Nutrilan® L 3)	1,00
15	C	Texapon N25 4)	50,00
		Viscofil Blau BL 5) solution à 0,5%	0,40
		Butylene glycol	2,00
20		Comperlan® KD 6)	2,00
	D	Parfum 7)	0,80
			100,00
25		1) Zinc-Pyrion; origine: Pyrion-Chemie, Allemagne.	
		2) origine: Euroclay, Hollande.	
		3) collagène hydrolysé; origine: Henkel, Allemagne.	
		4) sulfate de sodium laureth; origine: Henkel, Allemagne.	
		5) origine: Sandoz, Suisse.	
30		6) cocamide DEA; origine: Henkel, Allemagne.	
		7) Activa 147.121; origine: Firmenich SA, Genève, Suisse.	

Sous agitation rapide à la turbine, on a dispersé le Gelwhite dans l'eau. On a ajouté le Zinc-Pyrion, toujours sous agitation.

On a préparé la partie B en dissolvant tous les composés dans l'eau.

On a préparé la partie C en mélangeant bien de façon à avoir une préparation homogène.

On a versé la partie A dans la partie C et on a mélangé bien à l'aide de la turbine. On a versé la partie B dans la partie A + C. On a mélangé bien jusqu'à ce que le shampoing soit bien homogène.

La croissance de P. ovale est inhibée complètement après les 3 lavages consécutifs avec ce shampoing, la surface de la plaque reste propre. L'activité antimicrobienne du shampoing parfumé est supérieure à 80% telle que mesurée par la méthode ASCT.

Exemple 4

Gel douche et mousse de bain

La composition suivante a été testée selon la méthode «test sur surface agar enduite», contre l'action microbienne du Staphylococcus aureus, avec et sans la présence de parfum<sup>6)</sup> (Manzana 147.038 B et essence de cèdre Texas).

Ingrédients	Parties en poids
Eau déminéralisée	46,30
Kathon CG <sup>1)</sup>	0,10
Acide citrique	0,10
Chlorure de sodium	2,00
Euperlan PK 771 <sup>2)</sup>	5,00
Texapon T42 <sup>3)</sup>	20,00
Texapon N28 <sup>4)</sup>	20,00
Genaminox KC <sup>5)</sup>	5,00
Parfum <sup>6)</sup>	1,50
Total	100,00
1) méthylchloroisothiazolinone (et) méthylisothiazolinone; origine: Rohm & Haas, USA.	
2) distéarate de glycol (et) sulfate de sodium laureth (et) MEA cocamide (et) laureth-10; origine: Henkel, Allemagne.	
3) TEA lauryl sulfate; origine: Henkel, Allemagne.	
4) sodium laureth sulfate; origine: Henkel, Allemagne.	
5) oxide de cocamide; origine: Hoechst AG, Allemagne.	
6) Manzana 147.038 B (1,0%) et essence de cèdre Texas (0,5%); origine: Firmenich SA, Genève, Suisse.	

On a mélangé tous les ingrédients dans la séquence indiquée, puis on a ajouté le parfum.

Sans parfum, la plaque de pétri est entièrement recouverte d'une couche du germe testé, le *Staphylococcus aureus*.

Suite au test effectué en présence de Manzana 147.038 B avec de l'essence de cèdre Texas, la surface de la plaque de pétri est pratiquement propre. Seules quelques petites colonies du germe ont pu être observées. Ainsi la composition ci-dessus de gel douche et mousse de bain présente une activité antimicrobienne, contre le *Staphylococcus aureus*, de 85% telle que mesurée selon la méthode «test sur surface agar enduite».

#### Exemple 5

##### Désodorisant ambiant

Un désodorisant ambiant à paroi de diffusion polymérique, ayant une surface de diffusion de 80 cm<sup>2</sup>, contenant 5 g de parfum de type Cherry 20.599 (origine: Firmenich SA, Genève, Suisse), est placé dans un fût en inox de 200 litres. A côté, sur le fond, on a placé quatre boîtes de pétri, chacune préalablement inoculée avec un germe différent. Les germes utilisés étaient les suivants: *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Candida albicans*. Le fût a été fermé et laissé à température ambiante pendant 3 jours. On a effectué en parallèle la même expérience mais sans désodorisant ambiant.

On a constaté, après 3 jours d'incubation, que le fût contenant le désodorisant ambiant avait une odeur agréable et qu'aucune croissance de germes sur les plaques de pétri n'était observée.

Alors que le fût sans désodorisant ambiant possédait une forte odeur de décomposition, les plaques révélant à la surface de l'agar une nette croissance de bactéries.

#### Exemple 6

##### Savon désodorisant

Ingrédients	Parties en poids
Base savon PRISAVON 9250 <sup>1)</sup>	98,00
Parfum <sup>2)</sup>	2,00
Total	100,00
1) origine: Unichema, Hollande.	
2) Astéria 147.037 B (1,5%) et essence de cèdre Texas (0,5%); origine: Firmenich SA, Genève, Suisse.	

Ce mélange est extrudé et pressé en morceaux de savon avec l'équipement usuel.

Le savon résultant est dissout à 5% dans de l'eau. Lors du test ASCT effectué avec le savon non parfumé, on a constaté, suite à une incubation de 72 heures à température ambiante, que toute la surface de la plaque de pétri était recouverte d'une couche de bactéries. Par contre, lors du test effectué avec le savon parfumé, on a constaté que seules quelques colonies du germe étaient réparties à la surface de la plaque de pétri. Le savon parfumé montrait une activité antimicrobienne de 80% telle que mesurée par la méthode ASCT.

### Revendications

1. Ingrédient parfumant caractérisé en ce qu'il présente une activité antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée par la méthode du «test sur surface agar enduite» (ASCT) ou par la méthode du «test par diffusion de vapeurs» (VPT).

2. Composition parfumante caractérisée en ce qu'elle contient au moins 40% en poids d'ingrédients parfumants ayant chacun une activité antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée par la méthode «ASCT», ou par la méthode «VPT».

3. Composition parfumante selon la revendication 2, caractérisée en ce que chaque ingrédient parfumant présente une activité antimicrobienne de 100% telle que mesurée par la méthode «ASCT» ou par la méthode «VPT».

4. Composition parfumante selon la revendication 2 ou 3, caractérisée en ce qu'elle a une activité antimicrobienne d'au moins 80% telle que mesurée par la méthode «ASCT» ou par la méthode «VPT».

5. Article parfumé contenant une composition parfumante selon l'une des revendications 2 à 4.

6. A titre d'article parfumé selon la revendication 5, un savon, un désodorisant, un bain moussant, un gel de douche ou bain, un shampoing, ou un détergent ou un adoucissant textile, ou un produit d'entretien.

7. Utilisation d'une composition parfumante selon les revendications 2 à 4 comme produit cosmétique pour une application topique.

8. Procédé pour conférer ou renforcer l'activité antimicrobienne d'un article destiné aux soins corporels ou capillaires, ou d'un produit fonctionnel, caractérisé en ce qu'on ajoute audit article, ou produit fonctionnel une composition parfumante selon l'une des revendications 2 à 4.